

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-327148
(43)Date of publication of application : 15.11.2002

(51)Int.Cl. C09D193/00

(21)Application number : 2002-024697 (71)Applicant : HAYASHIBARA BIOCHEM LAB INC
(22)Date of filing : 31.01.2002 (72)Inventor : NAKANO MASAYUKI
SHIBUYA TAKASHI
FUKUDA YOSHIATSU

(30)Priority

Priority number : 2001054524 Priority date : 28.02.2001 Priority country : JP

(54) JAPANESE LACQUER LIQUID

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a Japanese lacquer liquid excellent in a drying speed of Japanese lacquer film and gloss of Japanese lacquer film after drying, and a method for manufacturing Japanese lacquer film, and further a method for quality evaluation of a Japanese lacquer liquid.

SOLUTION: The Japanese lacquer liquid having a water content of 1.49.1% (w/w) and a weight ratio (D/W) of the content (D) (%) (w/w) of a dimer or higher oligomers of urushiol to the content (W) (%) (w/w) of water in the range of 1.7-12.9. A method for manufacturing the Japanese lacquer liquid comprising one or more processes selected from a heating process of, a drying process of and a water addition process to a raw liquid of Japanese lacquer so that the water content becomes 1.4-9.1% (w/w) and the ratio of D/W becomes 1.7-12.9. The method for quality evaluation of a Japanese lacquer liquid based on the measured value of a ratio D/W of the Japanese lacquer liquid.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 14.01.2005
[Date of sending the examiner's decision of rejection]
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]
[Date of final disposal for application]
[Patent number]
[Date of registration]
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]
[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-327148

(P2002-327148A)

(43)公開日 平成14年11月15日 (2002.11.15)

(51)Int.Cl.⁷

C 0 9 D 193/00

識別記号

F I

C 0 9 D 193/00

マーク(参考)

4 J 0 3 8

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願2002-24697(P2002-24697)
(22)出願日 平成14年1月31日 (2002.1.31)
(31)優先権主張番号 特願2001-54524(P2001-54524)
(32)優先日 平成13年2月28日 (2001.2.28)
(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000155908
株式会社林原生物化学研究所
岡山県岡山市下石井1丁目2番3号
(72)発明者 中野 真之
岡山県岡山市下石井1丁目2番3号 株式
会社林原生物化学研究所内
(72)発明者 渋谷 孝
岡山県岡山市下石井1丁目2番3号 株式
会社林原生物化学研究所内
(72)発明者 福田 恵温
岡山県岡山市下石井1丁目2番3号 株式
会社林原生物化学研究所内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 漆液

(57)【要約】

【課題】 本発明は、漆塗膜乾燥速度及び漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度が良好な漆液とその製造方法、並びに漆液の品質判定方法を提供することを課題とする。

【解決手段】 本発明は、水分含量が1.4乃至9.1% (w/w) であって、ウルシオール二量体以上の成分含量 (D) (% (w/w)) と水分含量 (W) (% (w/w)) とが重量比 (D/W比) で1.7乃至12.9の範囲にある漆液、水分含量が1.4乃至9.1% (w/w) であって、D/W比が1.7乃至12.9の範囲となるように、原料漆液を加熱、乾燥、及び水を添加する工程から選ばれる一以上の工程を経由する漆液の製造方法、及び漆液のD/W比を測定し、その測定値に基づいて漆液の品質を判定する方法により前記課題を解決する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 水分含量が1.4乃至9.1% (w/w) の範囲にあると共に、ウルシオール二量体以上の成分含量 (D) (% (w/w)) と水分含量 (W) (% (w/w)) とが、重量比 (D/W比) で1.7乃至12.9の範囲にある漆液。

【請求項2】 ウルシオール二量体以上の成分含量が、全ウルシオール重量の5% (w/w) 以上である請求項1記載の漆液。

【請求項3】 水分含量が1.4乃至9.1% (w/w) の範囲にあると共に、ウルシオール二量体以上の成分含量 (D) (% (w/w)) と水分含量 (W) (% (w/w)) との重量比 (D/W比) が1.7乃至12.9の範囲となるように、原料漆液を加熱、乾燥、及び水を添加する工程から選ばれる一以上の工程を経由して調製する漆液の製造方法。

【請求項4】 原料漆液を加熱、乾燥、及び水を添加する工程から選ばれる一以上の工程を、攪拌乃至混練下で行うことを特徴とする請求項3記載の漆液の製造方法。

【請求項5】 ウルシオール二量体以上の成分含量を、全ウルシオール重量の5% (w/w) 以上に調整することを特徴とする請求項3又は4記載の漆液の製造方法。

【請求項6】 漆液の水分含量と、ウルシオール二量体以上の成分含量 (D) (% (w/w)) と水分含量 (W) (% (w/w)) との重量比 (D/W比) とを求め、それらの値に基づいて漆液の品質を判定する方法。

【請求項7】 水分含量が1.4乃至9.1% (w/w) の範囲にあると共に、ウルシオール二量体以上の成分含量 (D) (% (w/w)) と水分含量 (W) (% (w/w)) との重量比 (D/W比) が、1.7乃至12.9の範囲にある場合、高品質の漆液であると判定することを特徴とする請求項6記載の漆液の品質を判定する方法。

【請求項8】 漆液の漆塗膜乾燥速度及び/又は漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度を漆液の品質の対象とする、請求項6又は7記載の漆液の品質を判定する方法。

【請求項9】 請求項1又は2記載の漆液を塗布する工程を含む漆器の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、漆塗膜乾燥速度及び漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度が良好な漆液とその製造方法並びに漆液の品質を判定する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、生漆（漆木から採取後、木屑等を除いたもの）は、古来より、漆器などの漆塗り製品の下地として、又、生漆を加熱して得られる精製漆、つまり、「なやし（混練攪拌）」、「くろめ（加熱脱水）」と呼ばれる加熱処理をして得られる漆液は、漆器や伝統工芸品などの各種漆塗り製品に幅広く利用されてきた。

なやし処理、くろめ処理に於いては、漆液中の各種成分の均質化が行われる一方、漆液の水分含量が低減され、良質の漆液が得られると言われている。しかしながら、なやし処理、くろめ処理の最適処理条件やその終点の見極めは、熟練者の経験則に基づくものであり、その科学的な根拠や条件の解明は今だ為されていないのが実状である（「塗装と塗料」、第442号、56乃至63頁（1988年10月号））。そのため、熟練者により調製された漆液と雖も、実用に供したとき、漆液の塗膜乾燥速度が遅かったり、場合によっては、殆ど漆液が乾燥しなかったり、又、漆液の塗膜乾燥後の光沢度が不十分であるなど、実用上、使用に耐えないものが多々あった。このように、従来、熟練者と雖も、漆塗膜乾燥速度が早く、漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度が優れた漆液を得るために、一体何を指標（基準）とすればよいかは全く未知であった。

【0003】斯かる状況下、漆塗膜乾燥速度、漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度が優れた高品質の漆液、斯かる漆液を工業的に大量かつ安価に安定して供給するための方法、及び科学的な漆液の品質判定方法が鶴首されてい

た。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、漆塗膜乾燥速度及び漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度が優れた高品質の漆液を提供することを第一の課題とし、斯かる漆液を工業的に大量かつ安価に安定して供給する方法を提供することを第二の課題とし、更に、高品質の漆液を科学的に判定し得る漆液の品質判定方法を提供することを第三の課題とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、前記課題を解決することを目的として、原料漆液を加熱処理して得られる漆液の水分含量とウルシオール二量体以上の成分含量（ウルシオール多量体の含量）との関係に着目して鋭意研究した。より詳細には、本発明者等は、従来の精製漆の製造工程に於いて、くろめ処理により得られる漆液の水分含量の変化と、得られる漆液中の成分、殊に、ウルシオール二量体以上の成分含量の変化について詳細に研究した。その結果、漆液の水分含量について

は、くろめ処理の初期の段階に於いて水分蒸発が顕著に起こり、得られる漆液の乾燥後の漆塗膜の光沢度が高まること、又、くろめ処理が進むにつれ、漆液中に含まれるウルシオール二量体以上の成分含量が、くろめ処理時間の経過と共に変化することを見出した。又、従来、漆液の塗膜乾燥速度に関し、漆液中の水分含量が高いほどその塗膜乾燥速度は速いと言われていたところ、漆液の塗膜乾燥速度は、この水分含量以上に漆液中に含まれるウルシオール二量体以上の成分含量が深く関与しており、その含量の多いものほど塗膜乾燥速度が速い傾向に

あることを本発明者等は新規に見出した。

【0006】その結果、本発明者等は、前記第一の課題を、水分含量が1.4乃至9.1% (w/w) の範囲にあると共に、ウルシオール二量体以上の成分含量 (D) (% (w/w)) と水分含量 (W) (% (w/w)) との重量比 (D/W比) が1.7乃至12.9の範囲にある漆液を確立することにより解決した。

【0007】又、本発明者等は、前記第二の課題を、水分含量が1.4乃至9.1% (w/w) の範囲にあると共に、ウルシオール二量体以上の成分含量 (D) (% (w/w)) と水分含量 (W) (% (w/w)) との重量比 (D/W比) が1.7乃至12.9の範囲となるように、原料漆液を加熱、乾燥、及び水を添加する工程から選ばれる一以上の工程を経由して調製する漆液の製造方法を確立することにより解決した。

【0008】更に、本発明者等は、前記第三の課題を、漆液の水分含量と、漆液のウルシオール二量体以上の成分含量 (D) (% (w/w)) と水分含量 (W) (% (w/w)) との重量比 (D/W比) とを求め、それらの値に基づいて漆液の品質を判定する方法を確立することにより解決した。

【0009】

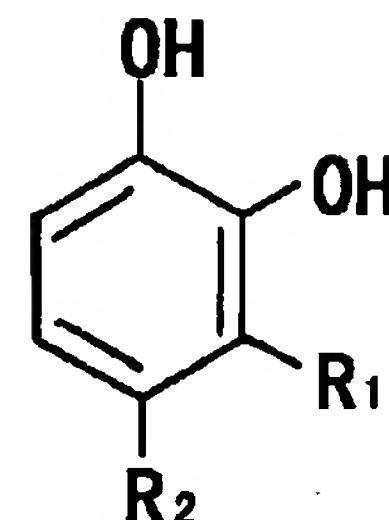
【発明の実施の形態】本発明で言う原料漆液は、通常の方法により得られる原料漆液、つまり、ウルシ科の植物である漆 (学名: *Rhus vernicifera*、*Rhus succedanea*、*Melanorrhoea usitata*) の幹に傷をつけて、その傷口から滲出してくる樹液、及び、斯かる樹液から木屑などの固形物をろ過して除去した、所謂生漆と呼ばれる漆液を意味する。本発明に於いては、これら原料漆液の市販品を用いることもできる。原料漆液の日本国内の著名な産地としては、例えば、備中 (岡山県)、丹波 (京都府)、阿波 (徳島県)、淨法寺 (岩手県) 等を挙げることができる。又、日本国以外の産出国としては、中国、朝鮮民主主義人民共和国、ベトナム社会主義共和国、タイ、ミャンマー等を例示できる。本発明に於いては、前記したような原料漆液であれば、特段の支障がない限り、産出国、産地、採取時期等の由来に関わりなくその何れも用いることができる。

【0010】本発明で言うウルシオールとは、漆液中に含まれるウルシオール成分とその重合体全般を意味し、具体的には、不飽和側鎖を有するカテコール誘導体とその重合体を意味する。より詳細には、本発明で言うウルシオールとしては、例えば、「ジャーナル・オブ・クロマトグラフィー」、第295巻、179乃至186頁 (1984年) に記載されている、一般式1で表される構造を有するウルシオールとその重合体を例示できる。又、本発明で言うウルシオール二量体以上の成分とは、前記ウルシオール中に含まれるウルシオール単量体以外のウルシオール多量体成分を意味し、具体的には、一般式1で表される構造を有するウルシオールの重合体を意

味する。

【0011】

【化1】一般式1:



一般式1中、R₂ がHのとき、R₁ は、8' Z, 11' E, 13' Z-ペントデカトリエニル基、8' Z, 11' Z, 14' -ペントデカトリエニル基、8' Z, 11' E, 13' E-ペントデカトリエニル基、8' Z, 11' Z-ペントデカジエニル基、8' Z-ペントデセニル基、ペントデシル基、10' Z, 13' E, 15' Z-ヘプタデカトリエニル基、10' Z, 13' Z, 16' -ヘプタデカトリエニル基、10' Z, 13' Z-ヘプタデカジエニル基、又は10' Z-ヘプタデセニル基を表す。又、R₁ がHのとき、R₂ は、8' Z, 11' E, 13' Z-ペントデカトリエニル基又は8' Z, 11' Z, 14' -ペントデカトリエニル基を表す。

【0012】本発明の漆液の製造方法について述べるに、先ず、原料漆液を適宜容器に入れ、原料漆液を機械的又は手動で攪拌乃至混練しながら、常圧又は減圧下で加熱又は乾燥することにより水分を蒸発させる。加熱時又は乾燥時の原料漆液の攪拌乃至混練の条件は、原料漆液を均一化でき、以下に述べる酵素反応により、ウルシオール二量体以上の成分が生成する条件であればよく、機械的攪拌乃至混練であっても、手作業による攪拌乃至混練であっても良い。好適には、機械的攪拌乃至混練が、原料漆液の均質化を容易に達成できる点で好ましい。加熱時、機械的に原料漆液を均一化する他の方法としては、例えば、ポンプなどにより原料漆液を細管内を強制的に移動乃至循環させる手段により実施することも可能である。

【0013】加熱時の原料漆液の品温は、原料漆液中に含まれる酸化酵素 (ラッカーゼ、EC 1.10.3.2) が酸素存在下でウルシオールに作用する温度であって、当該酵素が著しく失活しない温度に設定する。通常、50°C以下、望ましくは、40°C以下の温度が望ましい。50°Cを超える温度は、ウルシオール二量体以上の成分の生成及び漆液の漆塗膜形成に関するラッカーゼの失活が顕著となり好ましくない。又、原料漆液及び最終製品としての漆液が得られる前後に、適量のラッカーゼを添加して、酵素反応を調節することも可能である。又、加熱温度の下限は、ラッカーゼがウルシオール

二量体以上の成分を生成し得る温度であればよく、通常、品温で0°C以上、望ましくは、10°C以上とするのが好ましい。加熱するに際しては、例えば、常圧、加圧又は減圧下で、原料漆液を入れた容器を加熱する方法、原料漆液をプレートヒータ上で加熱する方法、更には、原料漆液を収容、塗布又は付着させたガラス製、プラスチック製、セラミック製、金属性、又は木製の容器乃至板状体の上で、原料漆液を温風、白熱電球、蛍光灯、ハロゲンランプなどの発熱性の光源、赤外線、遠赤外線、マイクロ波、太陽光等により加熱する方法等、斯界に於いて通常一般に用いられる加熱手段を適宜採用することができる。加熱時間は、原料漆液を加熱、乾燥するときの加熱手段、加熱温度、攪拌乃至混練条件、雰囲気中の圧力と湿度、又雰囲気中の酸素濃度等により変動するも、原料漆液を加熱して得られる漆液を経時的にサンプリングしつつ、当該漆液中のウルシオール二量体以上の成分含量(D)(% (w/w))と水分含量(W)(% (w/w))とが、重量比(D/W比)で1.7乃至12.9の範囲となる時間を適宜採用すればよい。この際、得られる漆液の水分含量を1.4乃至9.1% (w/w)とすると共に、ウルシオール二量体以上の成分含量(D)(% (w/w))と水分含量(W)(% (w/w))とを重量比(D/W比)で1.7乃至12.9の範囲に調節するために、当該漆液を前記加熱手段に準ずる方法で常圧下又は減圧下で乾燥したり、或いは、水分及び/又は別途調整したウルシオール二量体以上の成分を添加することも可能である。本発明の漆液中のウルシオール二量体以上の成分含量は、通常、本発明の漆液中に含まれる全ウルシオール重量の1% (w/w)以上、好ましくは、5% (w/w)以上、より好ましくは、5.3乃至18.5% (w/w)とするのが望ましい。又、本発明の漆液中の水分含量は、通常、1.4乃至9.1% (w/w)の範囲とするのが望ましい。

【0014】又、加熱時又は乾燥時の原料漆液のpHは、ラッカーゼがウルシオールに作用し得るpHであればよく、通常、pH5乃至7.5、好ましくは、pH5.9乃至6.5の範囲から適宜選択すればよい。原料漆液を加熱又は乾燥するに際しては、原料漆液のpHが前記pH範囲となるように、酸剤、アルカリ剤、pH調節剤及び/又はpH緩衝剤等を適宜用いて調整することも可能である。

【0015】以下、本発明について、実験例及び実施例により説明する。

【0016】

【実験例】原料漆液として、阿波産、備中産、丹波産、及び淨法寺産の生漆（備中産生漆を2種類用いた以外は、各1種類）を用い、それらを40乃至45°Cで攪拌しながら加熱（くろめ処理）しつつ、経時的にサンプリングして、得られる漆液の水分含量、ウルシオール二量体以上の成分含量、漆塗膜の漆塗膜の乾燥速度、及び乾

燥後の漆塗膜の光沢度について測定した。水分含量は、得られた漆液の所定量を容器にとり、常圧下、105°Cで加熱乾燥し、その減量に基づいて求めた。ウルシオール含量は、漆液1g当たり10mlのアセトンを氷冷しながら加え、得られる混合物を十分混合した後、No.6の濾紙を用いて濾過し、濾液を所定濃度に調製して、以下に述べる条件下、GPC（ゲル浸透クロマトグラフィー）分析に供して、ウルシオール単量体とウルシオール二量体以上の成分含量を求めた。即ち、GPC分析に於ける内部標準としては、標準ポリスチレン（東ソー株式会社製）を用い、GPC分析用カラムとしては、「TSK-gel G2000HHR」（東ソー株式会社製）を用い、又移動相の溶媒としてはクロロホルム/メタノール混液（体積比9:1）を用いて、ウルシオール単量体とウルシオール二量体以上の成分含量を測定した。GPC分析でのチャートを図1に示す。図1中、保持時間が17.00乃至20.05分のピークはウルシオール単量体の成分のピークを、12.40乃至16.52分の比較的ブロードなピークは、ウルシオール二量体以上の成分のピークを表す。ウルシオール単量体の成分含量と、ウルシオール二量体以上の成分含量は、前記GPC分析でのチャートに於ける前記各ピーク面積に基づいて計算した。

【0017】又、漆液の塗膜乾燥速度の測定は、適宜大きさのポリエチレンフィルム（膜厚10μm）上に、1cm×2cmの長方形にくり抜いた型枠を設けた適宜大きさのポリエチレンフィルム（膜厚20μm）を密着するように重ね合わせ、前記型枠内に漆液を厚さ（液深）20μmとなるように注入して当該ポリエチレンフィルム上に塗布し、次いで、25°C、相対湿度（RH）75%の条件下で3時間放置し、形成された漆塗膜をフーリエ変換赤外分光測定器「FTIR-8200型」（島津製作所製）に供し、漆塗膜のFT-IRスペクトル（フーリエ変換赤外分光スペクトル）を測定した。そのスペクトルを図2に示す。漆液の塗膜乾燥速度は、ウルシオール側鎖の共役トリエンによる993.3cm⁻¹における吸光度b（図2中のb）を、ウルシオール側鎖の共役ジエンによる945.1cm⁻¹における吸光度a（図2のa）で除した値（A=b/a）の経時変化に基づいて求めた。即ち、本発明に於いては、前記A値が0.01増加するのを1単位（U）と定義し、漆液の塗膜乾燥速度を下記式1により求めた。

【0018】式1：

漆液の塗膜乾燥速度（U/時間）= ((漆液塗布後3時間目のA値)/0.01 - (漆液塗布直後のA値)/0.01)/3

【0019】更に、漆液の塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度は、ガラス板（52mm×72mm、厚さ約1mm）に漆液を約75μlを均一に塗布し、60°鏡面光沢度（%）を光沢計「CM-3D」（MURAKAMI製）

により測定して求めた。

【0020】又、漆液の品質を評価するために、漆液をおわん状木製容器表面に塗布して、漆液の分散性、取り扱い性について調べた。

【0021】これら本実験例で用いた阿波産、備中産

* (2種類)、丹波産、及び淨法寺産の計5種類の原料漆液(生漆)から調製した漆液(加熱処理した漆液)についての分析結果を、表1乃至表5にそれぞれ示した。

【0022】

【表1】阿波産生漆から調製した漆液の分析結果

加熱(くろめ処理)時間(分)	水分含有量(W)(%w/w)	全ウルシオール中のウルシオールニ量体以上の成分含有量(D)(%w/w)	漆塗膜の乾燥速度(U/hr)	漆塗膜の光沢度(%)	D/W比	判定
0	10.7*	4.8	1.046	28.1	0.4	対照
7	7.0*	4.9	1.052	28.8	0.7	対照
11	2.2	5.4	1.130	44.4	2.0	本発明
15	2.1	5.3	1.103	43.7	2.5	本発明
30	0.9**	4.5	0.601	—	5.0	対照
55	0.9**	4.9	0.629	—	5.4	対照

注: 表1乃至表5を通じて、水分含量の欄の「*」は、漆液の水分含量が高過ぎて、漆液中のウルシオールの分散性が悪く、かつ漆液の取り扱い性も悪いことを、又、「**」は、漆液の水分含量が低過ぎて、漆液中のウルシオールの分散性が悪く、かつ漆液の取り扱い性も悪いことを表す。

※シオールの分散性が悪く、かつ漆液の取り扱い性も悪いことを表す。

【0023】

【表2】備中産生漆から調製した漆液の分析結果

加熱(くろめ処理)時間(分)	水分含有量(W)(%w/w)	全ウルシオール中のウルシオールニ量体以上の成分含有量(D)(%w/w)	漆塗膜の乾燥速度(U/hr)	漆塗膜の光沢度(%)	D/W比	判定
0	17.1*	7.9	2.251	41.3	0.5	対照
3	9.4*	8.0	2.364	47.5	0.9	対照
5	4.5	9.0	2.986	72.1	2.0	本発明
7	2.7	9.5	3.033	70.1	3.5	本発明
9	1.8	9.5	2.549	44.8	5.3	本発明

【0024】

★ ★ 【表3】備中産生漆から調製した漆液の分析結果

加熱(くろめ処理)時間(分)	水分含有量(W)(%w/w)	全ウルシオール中のウルシオールニ量体以上の成分含有量(D)(%w/w)	漆塗膜の乾燥速度(U/hr)	漆塗膜の光沢度(%)	D/W比	判定
0	12.6*	6.6	2.471	12.8	0.5	対照
5	2.5	8.0	2.564	13.6	3.2	本発明
10	2.0	8.0	2.826	49.5	4.0	本発明

【0025】

☆ ☆ 【表4】丹波産生漆から調製した漆液の分析結果

加熱(くろめ処理)時間(分)	水分含有量(W)(%w/w)	全ウルシオール中のウルシオールニ量体以上の成分含有量(D)(%w/w)	漆塗膜の乾燥速度(U/hr)	漆塗膜の光沢度(%)	D/W比	判定
0	19.4*	7.1	0.866	53.0	0.4	対照
8	17.2*	8.0	0.949	54.6	0.5	対照
16	14.6*	9.5	0.972	53.5	0.7	対照
22	10.5*	11.1	0.897	61.2	1.1	対照
30	3.9	13.9	1.247	56.7	3.6	本発明
37	2.2	15.0	1.093	74.9	6.8	本発明
43	1.4	15.5	1.064	81.3	11.1	本発明
46	0.9**	15.3	0.994	83.2	17.0	対照
55	0.9**	15.4	0.938	81.0	17.1	対照

【0026】

【表5】淨法寺産生漆から調製した漆液の分析結果

加熱(くろめ 処理)時間 (分)	水分含有 量(W)(% (w/w))	全ウルシオール中 のウルシオール二 量体以上の成分含 有量(D)(% (w/w))	漆塗膜の 乾燥速度 (U/hr)	漆塗膜の 光沢度 (%)	D/W 比	判定
0	28.3*	7.8	1.225	24.6	0.3	対照
5	26.9*	8.5	1.486	26.8	0.3	対照
10	24.9*	10.0	1.600	34.0	0.4	対照
15	21.9*	11.4	1.549	37.5	0.5	対照
22	17.5*	13.4	1.540	42.4	0.8	対照
29	12.5*	15.1	1.454	40.8	1.2	対照
35	9.1	16.8	2.504	43.2	1.7	本発明
45	3.5	17.8	2.011	41.7	5.1	本発明
51	1.8	18.5	1.761	47.8	10.3	本発明
59	1.4	18.1	1.659	44.0	12.9	本発明

【0027】これら表1乃至表5の結果から、原料漆液として用いる生漆の由来(産地の違い)により、加熱(くろめ処理)前の生漆の漆塗膜乾燥速度や、乾燥後の漆塗膜の光沢度、及び加熱(くろめ処理)により改善される原料漆液の漆塗膜乾燥速度や、乾燥後の漆塗膜の光沢度の程度に差はあるものの、それぞれの生漆から得られる漆液について見た場合、水分含量が1.4乃至9.1% (w/w) であって、その水分含量(W) (% (w/w)) とウルシオール二量体以上の成分含量(D) (% (w/w)) とが、重量比(D/W比) で1.7乃至12.9の範囲にある漆液は、D/W比が前記範囲を外れる漆液と比べて、漆塗膜乾燥速度が相対的に速く、しかも乾燥後の漆塗膜の光沢度も相対的に優れていることが判明した。

【0028】又、D/W比が前記範囲の下限を外れる漆液は、乾燥はするものの、水分含量が高いため、これを用いて漆塗膜を成形させる場合には、漆液中のウルシオールが均一に分散せず、結果として、漆塗膜の光沢度の低下を招き、取り扱い性の悪いことが判明した。又、D/W比が前記範囲の上限を超える漆液は、光沢度の点では問題はないものの、水分含量が低くなつて粘度が高まり、漆液中のウルシオールが均一に分散せず、漆液の漆塗膜形成が極めて困難になると共に、漆塗膜の乾燥速度が低下して、漆液の取り扱い性が著しく悪化し、実用上、好ましくないことが判明した。

【0029】又、漆液の水分含量が1.4乃至9.1% (w/w) であって、D/W比が1.7乃至12.9の範囲にある本発明の漆液と、D/W比が前記範囲を外れる対照漆液のウルシオール二量体以上の成分含量と水分含量との関係から、本発明の漆液に於けるウルシオール二量体以上の成分含量は、当該漆液中に含まれる全ウルシオール重量の1% (w/w) 以上、好ましくは5% (w/w) 以上、より好ましくは、5.3乃至18.5% (w/w) の範囲が好ましいことが判明した。

【0030】更に、本実験結果から、生漆を加熱(くろめ処理)して得られる漆液の水分含量、及びウルシオール二量体以上の成分含量(D) (% (w/w)) と水分含量(W) (% (w/w)) との重量比(D/W比)とを求め、その水分含量が1.4乃至9.1% (w/w)

であつて、D/W比が1.7乃至12.9の範囲にある漆液の場合、漆塗膜乾燥速度及び漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度が優れた高品質の漆液であると共に、漆液中のウルシオールの均一な分散性、漆液の取り扱い性も良好であることを、客観的、科学的に判定、評価できることが判明した。

【0031】以下、実施例に基づき、本発明をより詳細に説明する。

【0032】

【実施例1】原料漆液として、阿波産盛漆液(D/W比=0.4) 20gをガラス板(20cm×20cm、厚さ0.3cm) 上に塗布し、この塗布した原料漆液をへらで均一に混合・攪拌する一方、ガラス板の上部に設置した白熱灯(定格電圧100V、定格出力60W)の発熱を利用して、ガラス表面上の漆液の品温が40乃至45°Cとなるように均一に30分間加熱して、阿波産精製漆液約15gを得た。本品の水分含量(W) は3.0% (w/w)、ウルシオール二量体以上の成分含量(D)

30 は7.8% (w/w)、D/W比は2.6であった。

【0033】本品の漆塗膜乾燥速度を実験例に示した測定方法により求めたところ、その漆塗膜乾燥速度は、原料漆液の約1.6倍まで向上した。又、本品を用いての漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度を実験例に示した測定方法により求めたところ、その60°鏡面光沢度(%)は、原料漆液の38%から70%にまで向上した。

【0034】このように、本品は、漆塗膜形成時の塗膜乾燥速度が顕著に優れ、しかも、塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度も極めて良好であるなど、優れた性質を有する漆液である。したがつて、本品は、多種多様の美術工芸品はもとより、漆器類、日常雑貨類、家具類、他の漆液を塗布して用いる各種物品、更には、透漆、黒漆等の材料としても有利に用いることができる。更に、具体的なデータは示さないが、本品は、前記した優れた性質に加え、優れた耐薬品性、硬度、付着性も兼備する高品質の漆液である。

【0035】

【実施例2】原料漆液として、備中産盛漆液(D/W比=0.46) 10gをガラス板(20cm×20cm、厚さ0.3cm) 上に塗布し、この塗布した原料漆液を

へらで均一に混合・攪拌する一方、ガラス板の上部に設置した白熱灯（定格電圧100V、定格出力60W）の発熱を利用して、ガラス表面上の漆液の品温が40乃至45°Cとなるように均一に14分間加熱して、備中産精製漆液約9.2gを得た。本品の水分含量（W）は2.1%（w/w）、ウルシオール二量体以上の成分含量（D）は6.7%（w/w）、D/W比は3.2であった。

【0036】本品の漆塗膜乾燥速度を実験例に示した測定方法により求めたところ、その漆塗膜乾燥速度は、原料漆液の約1.3倍まで向上した。又、本品を用いての漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度を実験例に示した測定方法により求めたところ、その60°鏡面光沢度（%）は、原料漆液の22%から45%にまで向上した。

【0037】このように、本品は、漆塗膜形成時の塗膜乾燥速度が顕著に優れ、しかも、塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度も極めて良好であるなど、優れた性質を有する漆液である。したがって、本品は、多種多様の美術工芸品はもとより、漆器類、日常雑貨類、家具類、他の漆液を塗布して用いる各種物品、更には、透漆、黒漆等の材料としても有利に用いることができる。更に、具体的なデータは示さないが、本品は、前記した優れた性質に加え、優れた耐薬品性、硬度、付着性も兼備する高品質の漆液である。

【0038】

【実施例3】原料漆液として、備中産盛漆液（D/W比=0.4）20gをガラス板（20cm×20cm、厚さ0.3cm）上に塗布し、この塗布した原料漆液をへらで均一に混合・攪拌する一方、ガラス板の上部に設置した白熱灯（定格電圧100V、定格出力60W）の発熱を利用して、ガラス表面上の漆液の品温が40乃至45°Cとなるように均一に43分間加熱して、備中産精製漆液約16gを得た。本品の水分含量（W）は1.6%（w/w）、ウルシオール二量体以上の成分含量（D）は17.8%（w/w）、D/W比は11.1であった。

【0039】本品の漆塗膜乾燥速度を実験例に示した測定方法により求めたところ、その漆塗膜乾燥速度は、原料漆液の約1.1倍まで向上した。又、本品を用いての漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度を実験例に示した測定方法により求めたところ、その60°鏡面光沢度（%）は、原料漆液の53%から81.3%にまで向上した。

【0040】このように、本品は、漆塗膜形成時の塗膜乾燥速度が顕著に優れ、しかも、塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度も極めて良好であるなど、優れた性質を有する漆液である。したがって、本品は、多種多様の美術工芸品はもとより、漆器類、日常雑貨類、家具類、他の漆液を塗布して用いる各種物品、更には、透漆、黒漆等の材料としても有利に用いることができる。更に、具体的なデータは示さないが、本品は、前記した優れた性質に加

え、優れた耐薬品性、硬度、付着性も兼備する高品質の漆液である。

【0041】

【実施例4】原料漆液として、丹波産盛漆液（D/W比=0.61）40gをガラス板（20cm×20cm、厚さ0.3cm）上に塗布し、この塗布した原料漆液をへらで均一に混合・攪拌する一方、ガラス板の上部に設置した白熱灯（定格電圧100V、定格出力60W）の発熱を利用してガラス表面上の漆液の品温が40乃至45°Cとなるように均一に55分間加熱して、丹波産精製漆約34gを得た。本品の水分含量（W）は2.5%（w/w）、ウルシオール二量体以上の成分含量（D）は9.0%（w/w）、D/W比は3.6であった。

【0042】本品の漆塗膜乾燥速度を実験例に示した測定方法により求めたところ、その漆塗膜乾燥速度は、原料漆液の約1.8倍まで向上した。又、本品を用いての漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度を実験例に示した測定方法により求めたところ、その60°鏡面光沢度（%）は、原料漆液の13%から50%にまで向上した。

【0043】このように、本品は、漆塗膜形成時の塗膜乾燥速度が顕著に優れ、しかも、塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度も極めて良好であるなど、優れた性質を有する漆液である。したがって、本品は、多種多様の美術工芸品はもとより、漆器類、日常雑貨類、家具類、他の漆液を塗布して用いる各種物品、更には、透漆、黒漆等の材料としても有利に用いることができる。更に、具体的なデータは示さないが、本品は、前記した優れた性質に加え、優れた耐薬品性、硬度、付着性も兼備する高品質の漆液である。

【0044】

【実施例5】原料漆液として、淨法寺盛漆液（D/W比=0.30）30gをガラス板（20cm×20cm、厚さ0.3cm）上に塗布し、この塗布した原料漆液をへらで均一に混合・攪拌する一方、ガラス板の上部に設置した白熱灯（定格電圧100V、定格出力60W）の発熱を利用してガラス表面上の漆液の品温が40乃至45°Cとなるように均一に35分間加熱して、淨法寺産精製漆約25gを得た。本品の水分含量（W）は7.1%（w/w）、ウルシオール二量体以上の成分含量（D）は12.1%（w/w）、D/W比は1.7であった。

【0045】本品の漆塗膜乾燥速度を実験例に示した測定方法により求めたところ、その漆塗膜乾燥速度は、原料漆液の約2.0倍まで向上した。又、本品を用いての漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度を実験例に示した測定方法により求めたところ、その60°鏡面光沢度（%）は、原料漆液の24.6%から43.2%にまで向上した。

【0046】このように、本品は、漆塗膜形成時の塗膜乾燥速度が顕著に優れ、しかも、塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度も極めて良好であるなど、優れた性質を有する漆

液である。したがって、本品は、多種多様の美術工芸品はもとより、漆器類、日常雑貨類、家具類、他の漆液を塗布して用いる各種物品、更には、透漆、黒漆等の材料としても有利に用いることができる。更に、具体的なデータは示さないが、本品は、前記した優れた性質に加え、優れた耐薬品性、硬度、付着性も兼備する高品質の漆液である。

【0047】

【発明の効果】 上述したように、水分含量が1.4乃至9.1% (w/w) であって、ウルシオール二量体以上の成分含量 (D) (% (w/w)) と水分含量 (W) (% (w/w)) との重量比 (D/W比) が1.7乃至1.2.9の範囲にある本発明の漆液は、漆塗膜の乾燥速度及び漆塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度が良好な新規な漆液であり、この漆液の漆塗膜形成時の乾燥速度は従来品と比べ著しく速く、しかも、塗膜乾燥後の漆塗膜の光沢度も極めて良好であるとの優れた特徴を有している。従って

* て、本発明の漆液は、多種多様の美術工芸品はもとより、漆器類、日常雑貨類、家具類、他の漆液を塗布して用いる各種物品、更には、透漆、黒漆等の材料として極めて有利に用いることができる。又、この発明の漆液の製造方法によれば、前記優れた特徴を有する漆液を工業的に大量かつ安価に安定して供給することが可能となった。更に、本発明の漆液の品質判定方法によれば、従来、漆液自体の品質を客観的、科学的に容易に判定できることとなった。

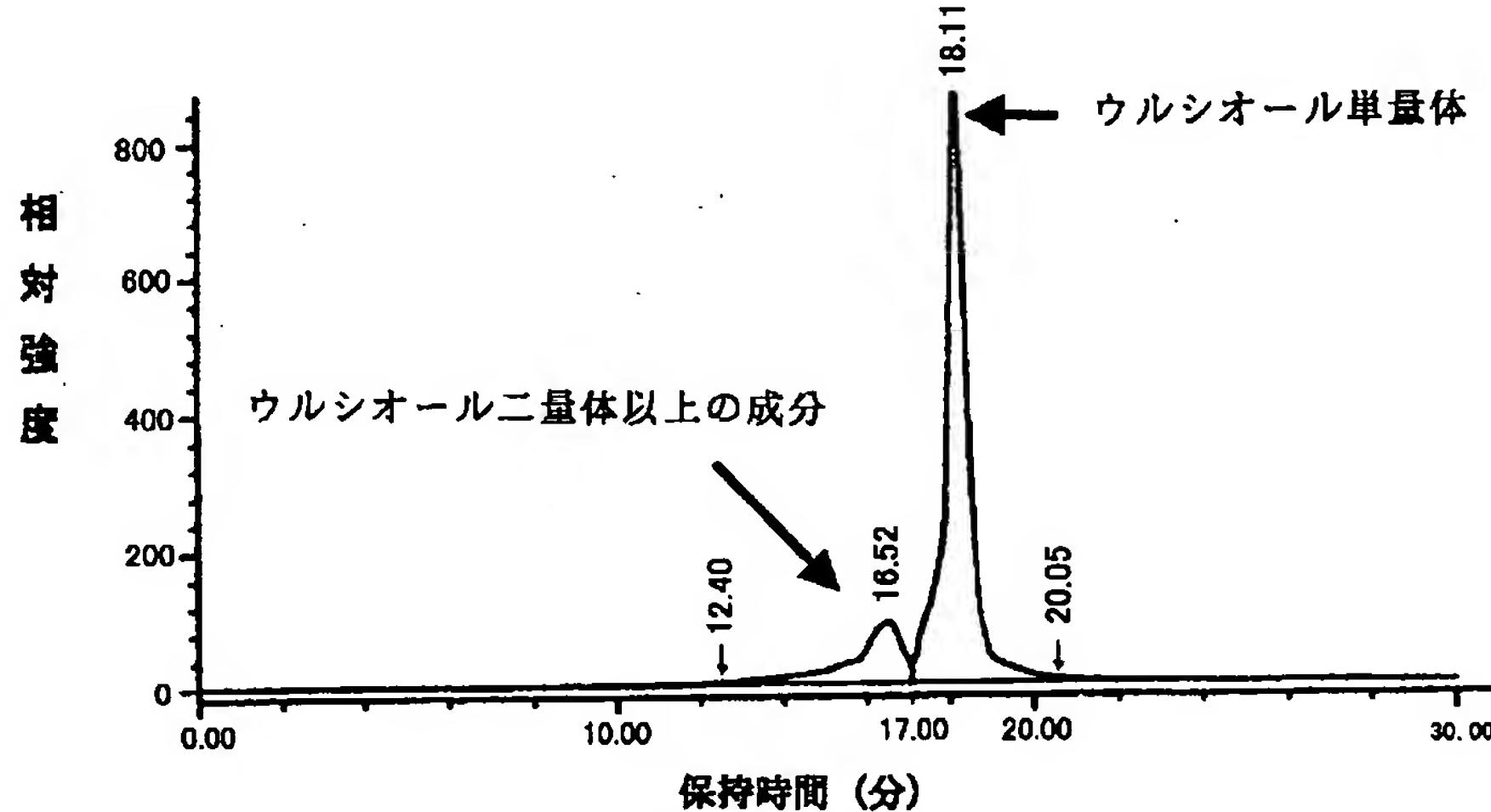
【0048】 このように、本発明が斯界に与える影響は極めて大きく、本発明は産業上極めて有用な発明であると言える。

【図面の簡単な説明】

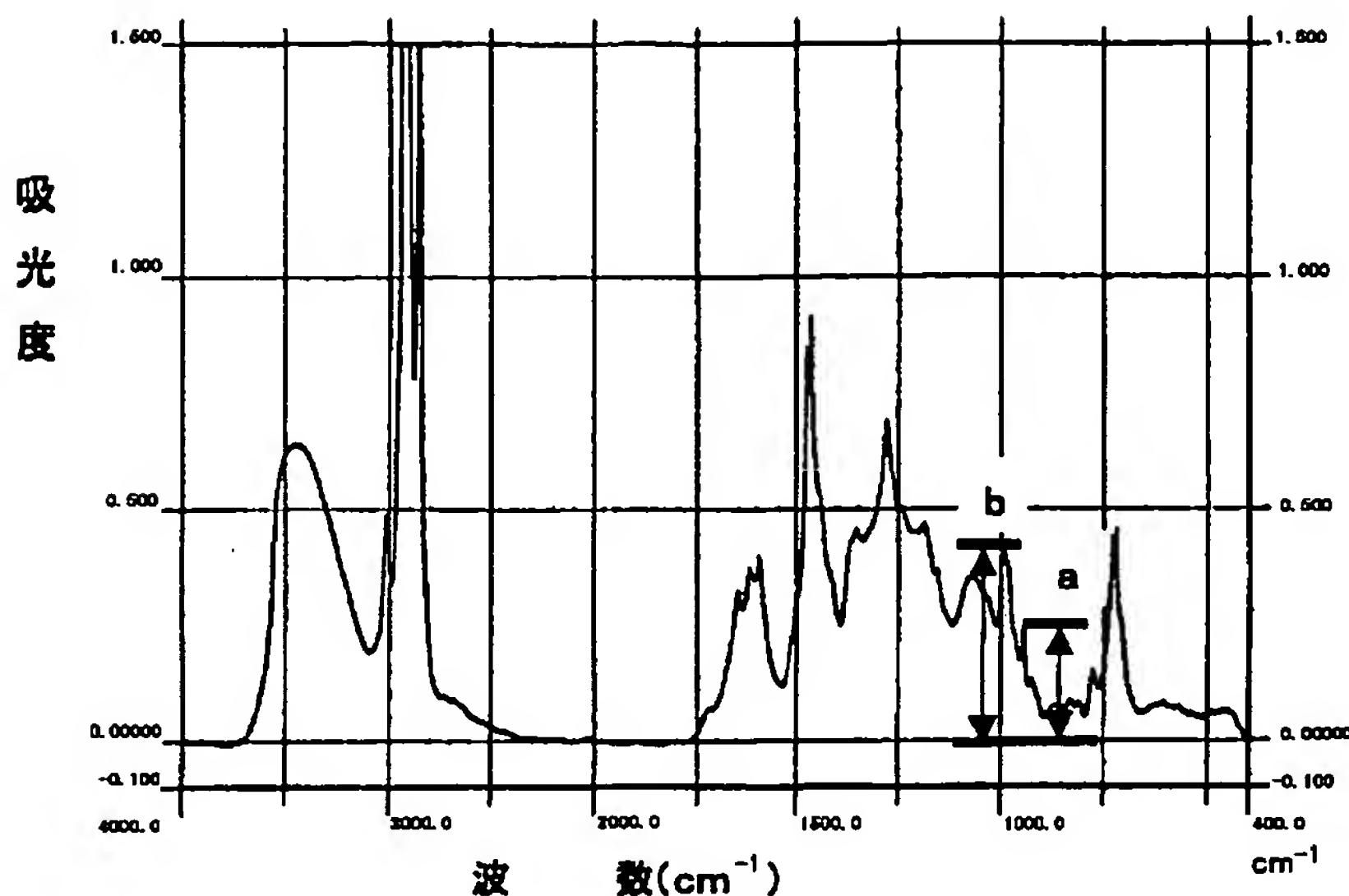
【図1】 ウルシオール単量体とウルシオール二量体以上の成分のG P Cによるチャートを示す図である。

【図2】 漆塗膜のF T - I Rスペクトルを示す図である。

【図1】



[図2]



漆塗膜のFT-IR分析

a:945.1cm⁻¹ の吸光度、b:993.3cm⁻¹ の吸光度

フロントページの続き

F ターム(参考) 4J038 BA221 MA08 MA10 NA01
NA23

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成17年8月11日(2005.8.11)

【公開番号】特開2002-327148(P2002-327148A)

【公開日】平成14年11月15日(2002.11.15)

【出願番号】特願2002-24697(P2002-24697)

【国際特許分類第7版】

C 09 D 193/00

【F I】

C 09 D 193/00

【手続補正書】

【提出日】平成17年1月14日(2005.1.14)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0013】

加熱時の原料漆液の品温は、原料漆液中に含まれる酸化酵素(ラッカーゼ、EC 1.10.3.2)が酸素存在下でウルシオールに作用する温度であって、当該酵素が著しく失活しない温度に設定する。通常、50℃以下、望ましくは、40℃以下の温度が望ましい。50℃を超える温度は、ウルシオール二量体以上の成分の生成及び漆液の漆塗膜形成に関するラッカーゼの失活が顕著となり好ましくない。又、原料漆液及び最終製品としての漆液が得られる前後に、適量のラッカーゼを添加して、酵素反応を調節することも可能である。又、加熱温度の下限は、ラッカーゼがウルシオール二量体以上の成分を生成し得る温度であればよく、通常、品温で0℃以上、望ましくは、10℃以上とするのが好ましい。加熱するに際しては、例えば、常圧、加圧又は減圧下で、原料漆液を入れた容器を加熱する方法、原料漆液をプレートヒータ上で加熱する方法、更には、原料漆液を収容、塗布又は付着させたガラス製、プラスチック製、セラミック製、金属製、又は木製の容器乃至板状体の上で、原料漆液を温風、白熱電球、蛍光灯、ハロゲンランプなどの発熱性の光源、赤外線、遠赤外線、マイクロ波、太陽光等により加熱する方法等、斯界に於いて通常一般に用いられる加熱手段を適宜採用することができる。加熱時間は、原料漆液を加熱、乾燥するときの加熱手段、加熱温度、攪拌乃至混練条件、雰囲気中の圧力と湿度、又雰囲気中の酸素濃度等により変動するも、原料漆液を加熱して得られる漆液を経時にサンプリングしつつ、当該漆液中のウルシオール二量体以上の成分含量(D)(% (w/w))と水分含量(W)(% (w/w))とが、重量比(D/W比)で1.7乃至12.9の範囲となる時間を適宜採用すればよい。この際、得られる漆液の水分含量を1.4乃至9.1%(w/w)とすると共に、ウルシオール二量体以上の成分含量(D)(% (w/w))と水分含量(W)(% (w/w))とを重量比(D/W比)で1.7乃至12.9の範囲に調節するために、当該漆液を前記加熱手段に準ずる方法で常圧下又は減圧下で乾燥したり、或いは、水分及び/又は別途調製したウルシオール二量体以上の成分を添加することも可能である。本発明の漆液中のウルシオール二量体以上の成分含量は、通常、本発明の漆液中に含まれる全ウルシオール重量の1% (w/w)以上、好ましくは、5% (w/w)以上、より好ましくは、5.3乃至18.5% (w/w)とするのが望ましい。又、本発明の漆液中の水分含量は、通常、1.4乃至9.1% (w/w)の範囲とするのが望ましい。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】 0016

【補正方法】 変更

【補正の内容】

【0016】

【実験例】

原料漆液として、阿波産、備中産、丹波産、及び淨法寺産の生漆（備中産生漆を2種類用いた以外は、各1種類）を用い、それらを40乃至45℃で攪拌しながら加熱（くろめ処理）しつつ、経時的にサンプリングして、得られる漆液の水分含量、ウルシオール二量体以上の成分含量、漆塗膜の乾燥速度、及び乾燥後の漆塗膜の光沢度について測定した。水分含量は、得られた漆液の所定量を容器にとり、常圧下、105℃で加熱乾燥し、その減量に基づいて求めた。ウルシオール含量は、漆液1g当たり10mlのアセトンを氷冷しながら加え、得られる混合物を十分混合した後、No. 6の濾紙を用いて濾過し、濾液を所定濃度に調整して、以下に述べる条件下、GPC（ゲル浸透クロマトグラフィー）分析に供して、ウルシオール単量体とウルシオール二量体以上の成分含量を求めた。即ち、GPC分析に於ける内部標準としては、標準ポリスチレン（東ソー株式会社製）を用い、GPC分析用カラムとしては、『TSK-gel G2000HHR』（東ソー株式会社製）を用い、又移動相の溶媒としてはクロロホルム/メタノール混液（体積比で9:1）を用いて、ウルシオール単量体とウルシオール二量体以上の成分含量を測定した。GPC分析でのチャートを図1に示す。図1中、保持時間が17.00乃至20.05分のピークはウルシオール単量体の成分のピークを、12.40乃至16.52分の比較的ブロードなピークは、ウルシオール二量体以上の成分のピークを表す。ウルシオール単量体の成分含量と、ウルシオール二量体以上の成分含量は、前記GPC分析でのチャートに於ける前記各ピーク面積に基づいて計算した。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

FADED TEXT OR DRAWING

BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

SKEWED/SLANTED IMAGES

COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

GRAY SCALE DOCUMENTS

LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.